# PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number:

09-184024

(43) Date of publication of application: 15.07.1997

(51)Int.Cl.

C22B 7/02 B01J 3/00 B01J 19/00 C22B 7/00 F27B 5/05 F27D 17/00

(21)Application number: 07-352821

(71)Applicant: DAIDO STEEL CO LTD

(22)Date of filing:

27.12.1995

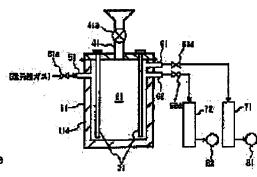
(72)Inventor: NAKAMURA MASATOMO

SATO KENJIRO

# (54) VACUUM HEAT TREATING DEVICE FOR POWDER AND GRANULAR MATERIAL

(57) Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To rapidly and stably recover valuable metals in powder and granular materials at a good yield by connecting at least two condensers varying in cooling temp. to a treating chamber for heat treating the powder and granular materials in vacuum. SOLUTION: At least the two condensers 72, 71, etc., varying in the cooling temp, are connected to the treating chamber 21 of this device. In the case of connection of, for example, the two condensers, the condenser (hereafter, A) of the relatively high cooling temp. is connected as one thereof and the condenser (hereafter, B) of the relatively low cooling temp. as another one. When the powder and granular materials are heated under vacuum, extraneous materials, such as moisture and fats and oils, coexisting in the powder and granular materials evaporate in the initial stage of the low temp. and, therefore, these materials are captured by A. A reducing gas is supplied from a gas supply pipe 51 to reduce the metal oxides in the powder and



granular materials to the corresponding metals in the subsequent state of the high temp. and, thereafter, these metal vapors are condensed in B and are separately recovered.

# (19)日本国特許庁(JP)

# (12) 公開特許公報(A)

# (11)特許出願公開番号

# 特開平9-184024

(43)公開日 平成9年(1997)7月15日

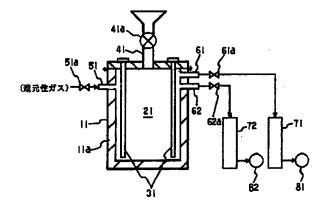
(51) Int.Cl. <sup>6</sup>		識別記号	庁内整理番号	FΙ					技術表示箇所
C 2 2 B	7/02			C 2 2 B	7/02			Α	
B01J	3/00			B01J	3/00			J	
	19/00	301			19/00		3 (	) 1 E	
C 2 2 B	7/00			C 2 2 B	7/00			F	
F 2 7 B	5/05			F 2 7 B	5/05				
	·		審查請求	未請求 請求	マダラ (項の数4	FD	(全	5 頁)	最終頁に続く
(21)出願番号		<b>特顯平7-35282</b> 1		(71)出顧	(71)出顧人 000003713				
						殊網株			
(22)出願日		平成7年(1995)12月27日					市中区	【錦一丁	目11番18号
				(72)発明	首 中村	雅知			
				İ	爱知溪	金飯郡	小坂井	<b> 町大字</b>	小坂井字大塚64
				(72)発明	首 佐藤	健二郎			
					愛知県盞明市栄町大根1番地の945				
				(74)代理。	人 弁理士	: 入山	宏』	E	
				1					

# (54) 【発明の名称】 粉粒体の真空熱処理装置

# (57)【要約】

【課題】粉粒体から高品質の有価金属を高収率で安定回収できる粉粒体の真空熱処理装置を提供する。

【解決手段】密閉系の容器内に形成された処理室で粉粒体を真空雰囲気下に加熱処理し、該粉粒体から有価金属を回収する装置であって、容器に処理室と連通可能な冷却温度の異なる少なくとも二つの凝縮器を接続し、また該容器に処理室と連通可能な還元性ガス供給管及び/又は還元材供給管を接続した。



### 【特許請求の範囲】

【請求項1】 密閉系の容器内に形成された処理室で粉 粒体を真空雰囲気下に加熱処理し、該粉粒体から有価金 属を回収する装置であって、容器に処理室と連通可能な 冷却温度の異なる少なくとも二つの凝縮器が接続されて 成ることを特徴とする粉粒体の真空熱処理装置。

【請求項2】 密閉系の容器内に形成された処理室で粉 粒体を真空雰囲気下に加熱処理し、該粉粒体から有価金 属を回収する装置であって、容器に処理室と連通可能な 冷却温度の異なる少なくとも二つの凝縮器が接続されて おり、また該容器に処理室と連通可能な還元性ガス供給 管及び/又は還元材供給管が接続されて成ることを特徴 とする粉粒体の真空熱処理装置。

【請求項3】 凝縮器が直列で接続された請求項1又は 2記載の粉粒体の真空熱処理装置。

【請求項4】 凝縮器が並列で接続された請求項1又は 2記載の粉粒体の真空熱処理装置。

#### 【発明の詳細な説明】

#### [0001]

【発明の属する技術分野】本発明は粉粒体の真空熱処理装置に関する。例えば、製鋼工場の集塵装置で捕捉されるダストには、酸化鉄( $Fe_2O_3$ , $Fe_3O_4$ )、酸化亜鉛(ZnO)、酸化鉛(PbO)等の金属酸化物が含まれている。かかるダストをそのまま廃棄処分したのでは資源の無駄になるので、該ダストから鉄、亜鉛、鉛等の有価金属を回収することが望まれる。本発明は上記のようなダストに代表される粉粒体を真空雰囲気下に加熱処理して該粉粒体から鉄、亜鉛、鉛等の有価金属を回収する装置に関するものである。

#### [0002]

【従来の技術】従来、粉粒体から鉄、亜鉛、鉛等の有価 金属を回収する真空熱処理装置として、密閉系の容器 と、該容器内に断熱材で囲まれて形成された処理室と、 該処理室に装備されたヒータと、該容器に接続された該 処理室を真空雰囲気にする真空ポンプと、該容器と該真 空ポンプとの間に介装された凝縮器とを備えるものが提 案されており(特開平4-225876)、またかかる 真空熱処理装置に使用される凝縮器として、水冷の凝縮 室と、該凝縮室の下部に形成された第1真空室と、該第 1真空室の下部に形成された第2真空室とを備えるもの が提案されている(実開平5-30149)。この従来 装置は、処理室に粉粒体を供給し、略真空雰囲気下に加 熱処理して、発生した亜鉛や鉛の蒸気を凝縮器で凝縮す る一方、鉄を処理容器に残留させるというものである。 ところが、これらの粉粒体には亜鉛や鉛等のように高温 で蒸発する成分と水分や油脂類や塩化物等のように低温 で蒸発する成分とが含まれており、亜鉛や鉛等の有価金 属の回収時に塩化物等が混入し、回収された亜鉛や鉛等 の有価価値が下がるという欠点がある。

### [0003]

【発明が解決しようとする課題】本発明が解決しようと する課題は、従来装置では、粉粒体から鉄、亜鉛、鉛等 の有価金属を高純度で安定回収することができない点で ある。

### [0004]

【課題を解決するための手段】しかして本発明は、密閉系の容器内に形成された処理室で粉粒体を真空雰囲気下に加熱処理し、該粉粒体から有価金属を回収する装置であって、容器に処理室と連通可能な冷却温度の異なる少なくとも二つの凝縮器が接続されて成ることを特徴とし、また該容器に処理室と連通可能な還元性ガス供給管及び/又は還元材供給管が接続されて成ることを特徴とする粉粒体の真空熱処理装置に係る。

【0005】本発明においても、密閉系の容器と、該容器内に断熱材で囲まれて形成された処理室と、該処理室に装備された加熱源と、該容器に接続された該処理室を真空雰囲気にする真空ポンプと、該容器と該真空ポンプとの間に介装された凝縮器とを備えている。そして通常は処理室に処理容器が収納されており、好ましくは粉粒体の撹拌手段が装備されている。

【0006】本発明では、容器に処理室と連通可能な冷 却温度の異なる少なくとも二つの凝縮器が接続されてい る。接続形態は直列であっても又は並列であってもよ い。例えば、二つの凝縮器を直列又は並列に接続する場 合、一つは相対的に冷却温度の高い凝縮器を接続し、他 の一つは相対的に冷却温度の低い凝縮器を接続するので ある。粉粒体を真空雰囲気下で加熱処理すると、加熱温 度の低い初期の段階で該粉粒体中に混在する水分や油脂 類等の夾雑物が蒸発するので、これらの蒸気を相対的に 冷却温度の低い凝縮器で凝縮して捕集し、その後の加熱 温度の高い中期~終期の段階では、該粉粒体中の金属酸 化物が後述するような還元性ガス及び/又は還元材によ り還元されて代表的には亜鉛や鉛が蒸発するので、これ らの蒸気を相対的に冷却温度の高い凝縮器で凝縮して、 亜鉛や鉛を回収するのである。より具体的には、三つの 凝縮器を直列で接続する場合、上流の凝縮器の冷却温度 を高くし、下流の凝縮器の冷却温度を低くして、中流の 擬縮器の冷却温度を双方の中間にすると、下流の凝縮器 で夾雑物を凝縮しつつ、上流の凝縮器で鉛を分別回収で き、また中流の凝縮器で亜鉛を分別回収できる。

【0007】容器に処理室と連通可能な一つの凝縮器を接続し、この凝縮器で粉粒体から蒸発した成分を一度に 凝縮すると、結果的に回収した亜鉛や鉛の品質が夾雑物 によって著しく損なわれる。

【0008】また本発明では、容器に処理室と連通可能な還元性ガス供給管及び/又は還元材供給管が接続されている。還元性ガスとしては、水素ガス、一酸化炭素ガス、炭化水素ガス、これらの混合ガス等を使用できるが、還元力の点で、水素ガスを用いるのが好ましい。還元性ガスは粉粒体の全表面に亘って均一分散し易く、ま

た還元力も強いため、粉粒体中の酸化鉄、酸化亜鉛、酸 化鉛等の金属酸化物を相当する金属へ確実且つ迅速に還 元する。還元性ガスと共に或は還元性ガスに代えて還元 材、例えばカーボンを供給することも、かかる還元材の 持続的な還元力を利用できるため、相応に有効である。 【0009】還元性ガス及び/又は還元材は粉粒体中の 前述したような夾雑物がほぼ蒸発してしまった段階で処 理室に供給するのが好ましい。当初から粉粒体と還元材 とを混合してその混合物を真空雰囲気下で加熱処理する ことも考えられるが、このようにすると、夾雑物の蒸 気、なかでも水蒸気により、還元材それ自体が酸化され て本来の役目を果たさなかったり或は一旦は還元されて 生成した亜鉛や鉛が再び酸化されてしまうこともある。 したがって本発明では、粉粒体中の夾雑物の蒸気がほぼ 蒸発してしまった段階で、言い替えれば粉粒体を真空雰 囲気下で加熱処理する途中で処理室に還元性ガス及び/ 又は還元材を供給し得るようにするため、還元性ガス供 給管及び/又は還元材供給管を直接容器に接続する。上 記のように粉粒体を真空雰囲気下で加熱処理する途中で 処理室に供給する還元性ガス及び/又は還元材の量は該 粉粒体中のFe,OgやFegOuをFeOに還元し、Zn 〇を乙nに、またPbOをPbに還元する当量よりもや や多い量とするのが好ましい。

#### [0010]

【発明の実施の形態】図1は本発明の実施形態を例示す る縦断面図である。密閉系の容器11に断熱材11 aが 内張りされており、断熱材11aで囲まれて処理室21 が形成されていて、処理室21にチューブヒータ31が 挿入されている。容器11の上面には処理室21と連通 する粉粒体供給管41が接続されており、粉粒体供給管 41にバルブ41aが介装されている。容器11の左側 面上部には還元性ガス供給管51が接続されており、還 元性ガス供給管51にバルブ51aが介装されていて、 還元性ガス供給管51の上流側に図示しない還元性ガス 供給源が接続されている。容器11の右側面上部には排 気管61,62が接続されており、排気管61,62に バルブ61a,62aが介装されている。排気管61, 62の下流側には凝縮器71,72が接続されており、 凝縮器71の冷却温度は低く、凝縮器72の冷却温度は 高くなっていて、凝縮器71,72の下流側に真空ポン プ81,82が接続されている。凝縮器71,72は容 器11に対し並列で接続されているのである。

【0011】図2は本発明の他の実施形態を例示する縦断面図である。密閉系の容器12に断熱材12aが内張りされており、断熱材12aで囲まれて処理室22が形成されていて、処理室22にチューブヒータ32が挿入されている。容器12の上面には処理室22と連通する粉粒体供給管42が接続されており、粉粒体供給管42にバルブ42aが介装されている。容器12の左側面上部には還元材供給管52が接続されており、還元材供給

管52にバルブ52aが介装されていて、還元材供給管52の上流側に図示しない密閉系の還元材貯留ホッパが接続されている。容器12の右側面上部には排気管63が接続されており、排気管63はその下流側で排気管64と排気管65とに分岐されていて、排気管64,65にバルブ64a,65aが介装されている。排気管64,65の下流側には凝縮器73,74が接続されており、凝縮器73の冷却温度は低く、凝縮器74の冷却温度は高くなっていて、凝縮器73,74の下流側に真空ポンプ83が接続されている。凝縮器73,74は容器12に対し並列で接続されているのである。

【0012】図3は本発明の更に他の実施形態を例示す る縦断面図である。全体として円筒状に形成された密閉 系の容器13に断熱材13aが内張りされており、断熱 材13aで囲まれて処理室23が形成されていて、断熱 材13aの内側にパネルヒータ33が周設されている。 容器13の上面には処理室23と連通する粉粒体供給管 43が接続されており、粉粒体供給管43にバルブ43 aが介装されている。粉粒体供給管43の上流側には密 閉系の粉粒体貯留ホッパ43bが接続されている。 粉粒 体貯留ホッパ43bの右側面上部には排気管66が接続 されており、排気管66の下流側はバルブ66aを介し て真空ポンプ84へと接続されている。容器13の下部 には軸線部に向かって下降する傾斜面が形成されてお り、該傾斜面の下端部に処理室23と連通する出口23 aが開設されている。出口23aには軸線部に向かって 上昇する傾斜面の形成された排出管23bが接続されて おり、排出管23bにバルブ23cが介装されている。 排出管23bの大径に形成された部分の右側面上部には 排気管67が接続されており、排気管67の下流側はバ ルブ67aを介して真空ポンプ84へと接続されてい

【0013】容器11の右側面上部には処理室23と連 通する排気管68が接続されており、排気管68にはバ ルブ68aが介装されている。排気管68の下流側には 上流の凝縮器75、中流の凝縮器76及び下流の凝縮器 77がこの順で直列に接続されており、凝縮器77の下 流側に真空ポンプ84が接続されている。容器11の上 面には処理室23と連通する還元材供給管53が接続さ れており、還元材供給管53にバルブ53aが介装され ている。還元材供給管53の上流側には密閉系の還元材 貯留ホッパ53bが接続されている。 還元材貯留ホッパ 53bの上面には排気管69が接続されており、排気管 69にバルブ69aが介装されていて、排気管69の下 流側は排気管66の下流側と合流して真空ポンプ84へ と接続されている。容器13の左側面上部には処理室2 3と連通する還元性ガス供給管54が接続されており、 還元性ガス供給管54にバルブ54aが介装されてい て、還元性ガス供給管54の上流側には図示しない還元 性ガス供給源が接続されている。

【0014】処理室23には軸線部に回転筒91が挿入されており、回転筒91に複数の板状の羽根92が取付けられている。回転筒91は容器13に軸受されており、その上部は容器13外に取出されていて、駆動モータ93に接続されている。回転筒91には昇降軸94が貫挿されており、その上部は回転筒91外に取出されていて、シリンダ機構95に接続されている。昇降軸94の下部は出口23aを通って排出管23bへと至り、その端部に軸線部に向かって上昇する傾斜面の形成された弁96が取付けられている。昇降軸94が上昇すると、弁96の傾斜面が排出管23bの傾斜面に密接して出口23aを閉じ、逆に昇降軸94が下降すると、弁96の傾斜面が排出管23bの傾斜面から離れて出口23aを開く構成である。

【0015】図3において、粉粒体貯留ホッパ43bから処理室23へ投入した粉粒体を、羽根92で撹拌しつつ、真空ポンプ84及びパネルヒータ33により所定の真空雰囲気下で加熱処理すると、該粉粒体中の夾雑物が蒸発するので、その蒸気を冷却温度の低い凝縮器77で凝縮して捕集する。真空雰囲気下での加熱処理を続行し、夾雑物がほぼ蒸発し終えた段階で、還元材貯留ホッパ53bから処理室23へ還元材を投入し、また図示し

ない還元性ガス供給源から処理室23へ還元性ガスを供給すると、粉粒体中のPbOはPbに、またZnOはZnに還元されて蒸発するので、Pbの蒸気を冷却温度の高い凝縮器75で凝縮して回収し、またZnの蒸気を冷却温度が凝縮器75の冷却温度と凝縮器77の冷却温度との中間にある凝縮器76で凝縮して回収する。

#### [0016]

【発明の効果】既に明らかなように、以上説明した本発明には、粉粒体から高品質の有価金属を高収率で安定回収できるという効果がある。

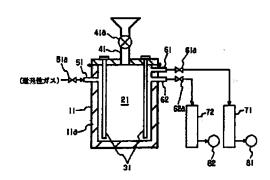
#### 【図面の簡単な説明】

- 【図1】本発明の実施形態を例示する縦断面図。
- 【図2】本発明の他の実施形態を例示する縦断面図。
- 【図3】本発明の更に他の実施形態を例示する縦断面図。

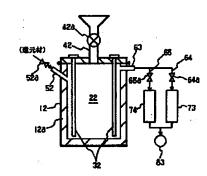
#### 【符号の説明】

11,12,13···容器、21,22,23··· 処理室、31,32···チューブヒータ、33··· パネルヒータ、51,54···還元性ガス供給管、5 2,53···還元材供給管、61~69···排気 管、71~77···凝縮器、81~84···真空ポンプ、92···羽根

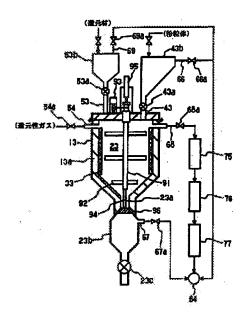
【図1】



【図2】



【図3】



フロントページの続き

 (51) Int. Cl.6
 識別記号
 庁内整理番号
 F I
 技術表示箇所

 F 2 7 D 17/00
 1 0 5
 F 2 7 D 17/00
 1 0 5 K